

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-204401

(43)Date of publication of application : 17.08.1989

(51)Int.Cl.

H01F 1/06

B22F 9/06

(21)Application number : 63-028424

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 09.02.1988

(72)Inventor : KANBE AKIFUMI

SATO YOSHITOMO

OKI TSUGUAKI

MIYAGAWA MUTSUHIRO

MAEKAWA SHINJI

(54) MANUFACTURE OF RARE-EARTH FE-B BASED MAGNETIC POWDER

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve fluidity and separating property from a molded body, by solidifying the molten metal of alloy wherein a rare earth element, iron and boron basic component into flake shaped powder or solidifying the molten metal into a ribbon shape and then transforming it into flake shaped powder, grinding the powder, and obtaining specified spherical powder.

CONSTITUTION: The molten metal of alloy wherein the rare earth element, iron and boron are basic components is quickly solidified so as to obtain flake shaped powder. Or the molten metal is quickly cooled and solidified into a ribbon shape, and the ribbon shaped material is crushed so as to obtain flake shaped powder. The flake shaped powder is ground, and spherical power having the aspect ratio of 1.0W2.0 is obtained. As the rare earth elements, Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb and Lu can be listed. One or more kinds of the elements are combined and used. Thus, the fluidity at the time of injection molding is improved, and separation from the molded body after molding is eliminated.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than

the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-204401

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)8月17日

H 01 F 1/06  
B 22 F 9/06

A-7354-5E  
7141-4K

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 希土類-F e-B系磁性粉末の製造方法

⑯ 特 願 昭63-28424

⑰ 出 願 昭63(1988)2月9日

⑱ 発 明 者	神 戸 章 虫	兵庫県神戸市灘区土山町 8 番 532
⑱ 発 明 者	佐 藤 義 智	兵庫県神戸市灘区篠原中町 1-4-22-503
⑱ 発 明 者	太 木 継 秋	兵庫県神戸市西区狩場台 1-7-7
⑱ 発 明 者	宮 川 睦 啓	兵庫県加古川市平岡町二俣1010 A5-507
⑱ 発 明 者	前 川 信 治	兵庫県神戸市灘区篠原伯母野山町 2-3-1
⑰ 出 願 人	株式会社神戸製鋼所	兵庫県神戸市中央区脇浜町 1 丁目 3 番 18 号
⑰ 代 理 人	弁理士 本 庄 武 男	

### 明 細 書

#### 1. 発 明 の 名 称

希土類-F e-B系磁性粉末の製造方法

#### 2. 特 許 請 求 の 范 囲

1. 希土類元素と鉄とボロンとを基本成分とする合金の溶湯を急冷凝固してフレーク状粉末とするか又は急冷してリボン状に凝固させたものを破砕してフレーク状粉末とし、そのフレーク状粉末を摩砕してアスペクト比1.0~2.0の球形粉末とすることを特徴とする希土類-F e-B系磁性粉末の製造方法。

#### 3. 発 明 の 詳 細 な 説 明

(産業上の利用分野)

本発明は、希土類-F e-B系磁性粉末の製造方法に関し、特に、樹脂結合型磁石用の希土類-F e-B系磁性粉末を得るのに有用である。

(従来の技術)

希土類-F e-B系磁性粉末は、例えばエポキシ樹脂とアルコールに混ぜられて可塑状混合物とされ、それを例えば射出成形や圧縮成形し、所定

の形状の樹脂結合型磁石を製作するのに用いられる。

かかる希土類-F e-B系磁性粉末の製造方法としては、例えば希土類元素と鉄とボロンとを基本成分とする合金の溶湯をローラミル等で粉砕する方法や、例えば前記合金の溶湯を高速回転する鋼ローラに向けて噴射する方法が知られている。

(発明が解決しようとする課題)

上記従来方法によって得られる磁性粉末はフレーク状であるため、射出成形法や圧縮成形法を用いた樹脂結合型磁石を製作する場合、次のような問題点がある。

① 射出成形時の流動性が悪く、小型露物に適さない。

② 成形後の成形体を取り扱う場合、磁性粉末が剝離し易く、精密成形に適さない。

従って、本発明の目的とするところは、流動性に優れ、且つ、成形体から剝離しにくい希土類-F e-B系磁性粉末の製造方法を提供することにある。

(課題を解決するための手段)

本発明の希土類-Fe-B系磁性粉末の製造方法は、希土類元素と鉄とボロンとを基本成分とする合金の溶湯を急冷凝固してフレーク状粉末とするか又は急冷してリボン状に凝固させたものを破砕してフレーク状粉末とし、そのフレーク状粉末を摩砕してアスペクト比1.0~2.0の球形粉末とすることを構成上の特徴とするものである。

上記構成において、希土類元素としては、Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Luが挙げられ、これらのうちの1種あるいは2種以上を組み合わせて用いる。

希土類元素の比率は、8~30原子%が適当である。希土類元素と鉄とボロンとを基本成分とする永久磁石の主相は $R_2Fe_{14}B$  (Rは希土類元素)であるが、希土類元素が8原子%未満では上記化合物を形成せず $\alpha$ -鉄と同一構造の立方晶組織となるため良好な磁気的特性が得られない。他方、30原子%を超えると非磁性のRリッチ相

低下し、15原子%を超えるとハードフェライト以下の残留磁束密度になってしまうからである。

また、上記構成において「アスペクト比」とは、粉末の長軸長を短軸長で除した値を意味する。

(作用)

希土類元素と鉄とボロンとを基本成分とする合金の溶湯を $\times 10^4$ ℃/sec以上の冷却速度で急速冷却すれば、ピンニング効果による保磁力の発生が得られる。すなわち、一般的に急冷凝固法で得た粉末の組織は、微細結晶からなる多結晶体であり、 $R_2Fe_{14}B$ 主相の周りをNd高含有相(Nd-Feアモルファス軟磁性)が覆っており、粒形サイズとしても約50 $\mu m$ である。このような超微細多結晶体のためにピンニング効果での保磁力の発生が得られ、かつ多少の歪みですぐに逆磁区が発生する事はない。

次に、摩砕により球形粉末とするが、摩砕は粉末よりも粉体に与える歪を小さくできる。

そして、アスペクト比1.0~2.0の球形粉末とすることで、射出成形時の流動性が改善されると

が多くなり、良好な磁気的特性を得られないからである。

ボロンの比率は、2~28原子%が適当である。2原子%未満では菱面体のR-Fe系になるため高保磁力を得られず、他方28原子%を超えると非磁性相が多くなって残留磁束密度が著しく低下するからである。

また少量の添加元素、例えば、Co, Al, Mo, Si等や、重希土元素のDy, Tb等は、保磁力の向上に有効である。

Coはキュリー点を高めるのに有効である。永久磁石として考えられる1kOe以上の保磁力を得るためには50%原子以内がよい。Coは基本的にFeのサイトを置換し $R_2Co_{14}B$ を形成するのであるが、この化合物は結晶異方性磁界が小さく、その量が増すにつれて磁石全体としての保磁力が小さくなってしまいうからである。

Alは、保磁力の増大効果を有する。Alの添加量は15原子%以下がよい。Alは非磁性元素であるため、その添加量を増すと残留磁束密度が

共に、成形後に成形体から剥離することもなくなる。

(実施例)

以下、図面を参照しつつ実施例について説明する。

Nd:Fe:Bの重量比が27.0:BaAl:1.11のNd-Fe-B合金と、Nd:Fe:B:Coの重量比が27.0:BaAl:1.11:5.5のNd-Fe-B-Co合金を各々ボタン溶解にてメルティングストックとした。

そのメルティングストックを高周波溶解し、透明石英管ノズル(ノズル径1.3 $\phi$ )により、噴射圧0.8kg/cm<sup>2</sup>で、Crコーティングした純銅製ロールに吹きつけて急冷凝固して、フレーク状粉末とした。

第1図に示す如き摩砕機1を用い、アジテータ3の回転数1300rpm、摩砕温度MAX200℃で、Ar雰囲気中にて、酸濃度0.02%以下で、前記フレーク状粉末を摩砕した。フレーク状粉末は、そのエッジを摩砕室2の側面とアジテータ3

との間隙で摩砕されるため、球形化する。

摩砕時間とかさ密度の関係を第2図に示す。また、第3図(a)に摩砕前の粉末を示し、第3図(b)に摩砕時間100分の粉末を示す。

摩砕時間60分のNd-Fe-B合金粉末とNd-Fe-B-Co合金粉末のそれぞれについて射出成形と圧縮成形により成形体を得、それらの磁気特性を測定した。その結果を第1表に示す。

第1表

		Br	BHc	BHmax
Nd-Fe-B 合金粉末	射出 成形	4.6kG	4.0kOe	4.6MGe
	圧縮 成形	4.0kG	6.0kOe	11.3MGe
Nd-Fe-B -Co 合金粉末	射出 成形	5.0kG	3.0kOe	5.3MGe
	圧縮 成形	7.5kG	5.4kOe	12MGe

#### (発明の効果)

本発明によれば、希土類元素と鉄とボロンとを基本成分とする合金の溶湯を急冷凝固してフレーク状粉末とするか又は急冷してリボン状に凝固させたものを破砕してフレーク状粉末とし、そのフレーク状粉末を摩砕してアスペクト比1.0～2.0の球形粉末とすることを特徴とする希土類-Fe-B系磁性粉末の製造方法が提供され、これにより流動性に優れ、且つ、成形体から剝離しにくい希土類-Fe-B系磁性粉末を得ることが出来る。従って、射出成形用、圧縮成形用の希土類-Fe-B系磁性粉末の製造に極めて有用である。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は摩砕機の一例の模式的断面図、第2図は摩砕時間とかさ密度の関係図、第3図(a)は摩砕前の粉末の拡大図、第3図(b)は摩砕後の粉体の拡大図、第4図は摩砕時間とバーフローテストの関係図、第5図は摩砕時間と密度の関係図、第6図は割離試験機の概念図、第7図は摩砕時間と重量減少量の関係図である。

次に、射出成形の流動性を示すバーフローテストの結果を第4図に示す。摩砕することにより流動性の改善が認められる。

次に、圧縮成形した成形体の密度と摩砕時間の関係を第5図に示す。摩砕することによる充満度の改善が認められる。

次に、第6図に示すように、圧縮成形体4を押し付け金具5でこすり、圧縮成形体4の重量の減少と用いた粉末の摩砕時間の関係を調べた。なお、圧縮成形条件は、荷重7TON/cm<sup>2</sup>、バインダーはエポキシ樹脂で配合量は1wt%、圧縮成形体4のサイズは直径10mm、高さ10mmである。結果を第7図に示す。

第2図～第7図を参照すれば、摩砕時間を40分以上とするのが良いと分るが、これによる球形粉末のアスペクト比は1.0～2.0であった。従って、摩砕によりアスペクト比1.0～2.0とすれば良いと理解されよう。

#### (符号の説明)

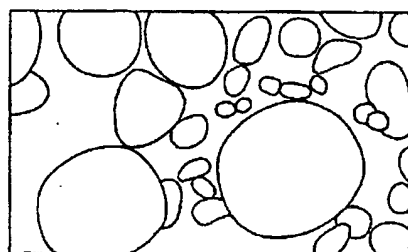
- 1…摩砕機
- 2…摩砕室
- 3…アジテータ。

出願人 株式会社神戸製鋼所  
代理人 弁理士 本庄 武男

第3図

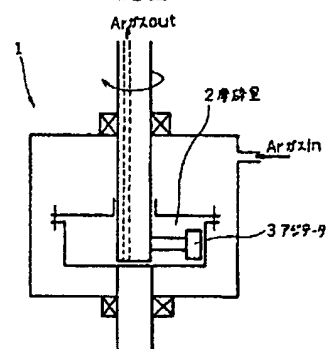


(a)

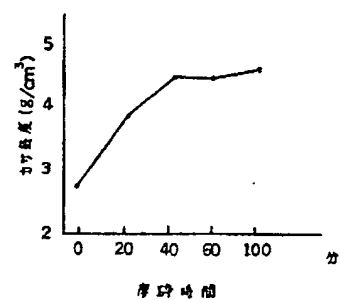


(b)

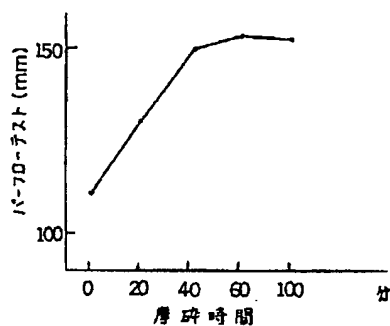
第1図



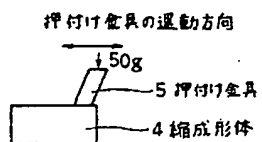
第2図



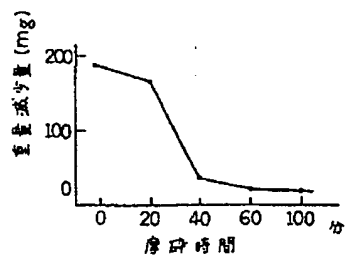
第4図



第6図



第7図



第5図

